10, 784,883

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



# Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

101 40 711.4

CERTIFIED COPY OF PRIORITY DOCUMENT

Anmeldetag:

24. August 2001

Anmelder/Inhaber:

Dr. Manfred Feustel, 51109 Köln/DE

Bezeichnung:

Vorrichtung zur Bestimmung reologischer Eigen-

schaften

IPC:

G 01 N 11/14

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 17. März 2004

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

CALLES THE STATE OF THE STATE O

Stansch:

### HAGEMANN, BRAUN & HELD

PATENTANWÄLTE EUROPEAN ATTORNEYS HANNOVER · MÜNCHEN

Hildesheimer Straße 133 · 30173 Hannover · Email: Braun.Pat@t-online.de · Tel 0511/9 80 57 27 · Fax 0511/9 80 55 34

Anmelder:

Dr. Manfred Feustel Königsforststraße 56 C

51109 Köln

5

10

u. Z.: FEU-21-DE

24. August 2001

# Vorrichtung zur Bestimmung reologischer Eigenschaften

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung mit zwei zueinander beabstandeten und relativ zueinander beweglichen Platten, welche einen Zwischenraum zur Aufnahme einer zu untersuchenden Substanz begrenzen, deren reologische, insbesondere viskometrische Eigenschaften simultan zu einem mittels der Vorrichtung durchführbaren weiteren Meßverfahren
bestimmbar sind.

Eine solche Vorrichtung ist beispielsweise durch die EP 07 50 186 A 3 bekannt, bei der zwischen zwei Platten die reologischen Kenngrößen einer Substanz bestimmt werden. Hierzu wird die untere der im wesentlichen parallel zueinander angeordneten Platten angetrieben und in eine Rotation versetzt. Dadurch wird die Substanz unter Spannung, insbesondere Scherspannung gesetzt, wobei durch einen Sensor ein Signal an eine Steuereinheit weitergegeben wird. Zeitgleich wird Wärme in die Substanz eingeleitet und es werden dadurch mittels eines weiteren Sensors zusätzlich thermische Kenngrößen ermittelt.

Durch die simultane Durchführung der beiden Meßverfahren werden gegenüber der getrennten Durchführung der Meßverfahren zwei wesentliche Vorteile erreicht. Einerseits können die beiden Verfahren an derselben Substanzprobe zeitgleich durchgeführt werden, so daß mögliche Fehlereinflüsse durch Inhomogenitäten in der Substanz ausgeschlossen sind. Zudem können mögliche zwischenzeitliche Veränderung der Substanz bei der Durchführung der beiden Meßverfahren vermieden werden. Andererseits können die beiden Meßverfahren

einer vergleichenden Betrachtung unterzogen werden, um so die erfaßten Meßdaten einer Überprüfung zu unterziehen. Auf diese Weise werden störende Umgebungseinflüsse erkannt und bleiben daher bei der weiteren Untersuchung unberücksichtigt.

Die beiden Meßverfahren stellen dabei nicht lediglich Abwandlungen desselben Meßprinzips dar, sondern führen auf unabhängigem Wege zu Erkenntnissen über Eigenschaften der Substanz, deren Aussagen jedoch Rückschlüsse auf die Ergebnisse des jeweils anderen Meßverfahrens zulassen.

Als problematisch bei der Durchführung von reologischen Untersuchungen erweisen sich jedoch die hohen Anforderungen an die Oberflächenbeschaffenheit der Platten. Hierdurch ist es beispielsweise nicht möglich, zusätzlich Sensoren im Zwischenraum der Platten oder auf deren Oberfläche anzuordnen, weil bereits geringste Veränderungen der Oberflächenbeschaffenheit zu einem Fehlereinfluß bei der reologischen Untersuchung führen.

15

20

25

30

35

Zur Untersuchung von Substanzen ist die Anwendung von optischen Spektroskopie-Meßverfahren bekannt. Hierzu wird die Substanz entweder in Transmission oder in gerichteter bzw. diffuser Reflexion vermessen. Während für Meßverfahren nach dem Reflexionsprinzip jeweils spezifische Voraussetzungen erfüllt sein müssen, bedeuten Transmissionsmessungen, besonders in der Infrarot-Spektroskopie, einen erheblichen Aufwand für die Vorbereitung der Substanz. Beispielsweise müssen hierzu komplizierte Mikrotomschnitte oder Schmelzfilme angefertigt werden.

Demgegenüber bietet ein Meßverfahren nach dem Prinzip der "Abgeschwächten Total-Reflexion" (ATR) eine beinahe universelle Möglichkeit zur schnellen und einfachen Analyse einer Vielzahl von Substanzen. Das ATR-Verfahren beruht auf der substanzspezifischen Infrarot-Absorption an der Grenzfläche zwischen einem Medium mit hoher Brechzahl und der Substanz mit einer vergleichsweise niedrigen Brechzahl. Hierzu reicht es aus, einen ausreichenden Kontakt zwischen der Substanz mit dem ATR-Element herbeizuführen. Das Prinzip der ATR beruht auf der Einkopplung des Infrarot-Strahls in ein für Infrarot-Licht transparentes Kristallmaterial, dessen Brechungsindex größer ist als der Brechungsindex der Substanz. Auf seinem Weg durch das ATR-Element wird der Infrarot-Strahl einfach oder mehrfach totalreflektiert. An den Stellen, wo der Strahl an der Grenzfläche des ATR-Elementes mit der Substanz in Kontakt kommt, werden substanzspezifische Anteile aus dem Infrarot-Strahl absorbiert. Auf diese Weise entsteht ein der Transmission sehr ähnliches Spektrum. Ermittelt wird dabei das Verhältnis zwischen der Totalreflexion und den abgeschwächten Werten, als Funktion der Transmission über der Wellenlänge der Infrarot-Strahlung. Ein Vorteil gegen-

über Transmissions-Meßverfahren ist, daß die Schichtdicke der Substanz bei der Durchführung des ATR-Verfahrens ohne Bedeutung ist. Aufgrund der enormen Vorteile in der Substanzvorbereitung hat die ATR-Technik heute die Transmissionsmethoden weitgehend verdrängt.

5

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zu schaffen, durch die neben reologischen Eigenschaften mittels eines weiteren Meßverfahrens zusätzliche Eigenschaften der Substanz ohne Rückwirkungen auf die reologischen Meßergebnisse bestimmt werden können.

10

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß mit einer Vorrichtung gemäß den Merkmalen des Patentanspruchs 1 gelöst. Die Unteransprüche betreffen besonders zweckmäßige Weiterbildungen der Erfindung.



20

Erfindungsgemäß ist also eine Vorrichtung vorgesehen, bei der die Vorrichtung zur Durchführung eines optischen, insbesondere Infrarot-Spektroskopie-Meßverfahrens einen den Zwischenraum nicht verändernden Lichtdurchlaß aufweist. Hierdurch kann die Bestimmung der reologischen Eigenschaften simultan mit der Infrarot-Spektroskopie durchgeführt werden, ohne daß hierbei eine Wechselwirkung zwischen den beiden Meßverfahren auftreten kann. Insbesondere wird dabei ein unmittelbarer Kontakt der Substanz mit einem Sensor vermieden, so daß Rückwirkungen auf die Oberfläche der Platten ausgeschlossen sind. Der Lichtdurchlaß kann hierzu beispielsweise seitlich in den Zwischenraum der Platten einstrahlen, so daß auch bereits vorhandene Vorrichtungen problemlos ohne wesentliche konstruktive Änderungen nachgerüstet werden können. Dabei eignet sich die Vorrichtung zur Durchführung des an sich bekannten Spektroskopie-Meßverfahrens nach dem Transmissionsprinzip ebenso wie nach dem Prinzip der abgeschwächten Totalreflexion.



30

35

Eine besonders vorteilhafte Ausführungsform der Erfindung wird auch dadurch erreicht, daß der Lichtdurchlaß durch einen für Infrarot-Licht transmissiven, mit einer dem Zwischenraum zugeneigten Oberfläche der Platte konturbündig abschließenden Abschnitt ausgestattet ist. Hierdurch kann das für die Durchführung der Infrarot-Spektroskopie erforderliche Infrarot-Licht durch die Platte hindurch der Substanz zugeführt werden, so daß der Zwischenraum insbesondere allseitig verschließbar ausgeführt ist. Zugleich kann der Lichtdurchlaß gezielt in solchen Positionen angeordnet werden, die zur Durchführung der reologischen Untersuchung unter Spannung gesetzt werden und damit zur Überprüfung durch das Spektroskopie-Meßverfahren von besonderer Bedeutung und Aussagekraft sind. Durch den kontur- bzw.

flächenbündigen Abschnitt sind Rückwirkungen des Abschnittes auf die reologischen Meßwerte ausgeschlossen.

Besonders praxisnah ist auch eine Abwandlung der Erfindung, bei welcher der Lichtdurchlaß einen transmissiven Körper mit einer großen Härte aufweist. Hierdurch führt auch eine Dauerbeanspruchung an einer der Substanz zugeneigten Oberfläche des transmissiven Körpers nicht zu einer Beeinträchtigung der reologischen Meßwerte. Hierdurch kann die Vorrichtung weitgehend verschleißfrei betrieben werden, wobei zudem die Genauigkeit und die Vergleichbarkeit der so gewonnenen Meßergebnisse wesentlich verbessert werden kann. Als geeignet haben sich in der Praxis beispielsweise Diamant, ZnSe oder Germanium erwiesen.

Eine weitere besonders zweckmäßige Abwandlung wird dann erreicht, wenn der Körper an einem dem Zwischenraum abgewandten Abschnitt eine Lichteinkoppelfläche aufweist, die gegenüber der Plattenebene entsprechend dem gewünschten Lichteintrittswinkel geneigt angeordnet ist. Hierdurch treten an der Lichteinkoppelfläche lediglich geringe Verluste durch Retroreflexion auf. Die Meßgenauigkeit kann dadurch weiter verbessert werden.

Eine andere besonders praxisnahe Ausgestaltung der Erfindung wird dann erreicht, wenn die Vorrichtung zusätzlich zu dem ersten Lichtdurchlaß mit einem zweiten Lichtdurchlaß an derselben Platte ausgestattet ist. Hierbei wird der Infrarot-Lichtstrahl der Substanz durch den ersten Lichtdurchlaß zugeführt und tritt anschließend durch den zweiten Lichtdurchlaß aus, so daß dieser von einem äußeren Sensor erfaßbar ist. Der erste und der zweite Lichtdurchlaß sind dabei insbesondere an derselben Platte angeordnet und durch einen gemeinsamen oder durch jeweils einen transmissiven Körper konturbündig verschlossen.

`25

5

10

15

20

Dabei ist es besonders günstig, wenn die zweite Platte eine Reflexionsfläche aufweist, an welcher der durch den Lichtdurchlaß in den Zwischenraum eingetretene Infrarot-Lichtstrahl reflektiert wird.

Eine andere besonders vorteilhafte Abwandlung der vorliegenden Erfindung wird auch dann erreicht, wenn zumindest eine der Platte zur Einstellung einer gewünschten Temperatur heizbar oder kühlbar ist. Hierdurch können unerwünschte thermische Einflüsse auf die Substanz vermieden werden. Insbesondere können die Meßergebnisse dadurch einheitlich auf eine vorbestimmte Temperatur bezogen werden.

35

Eine andere besonders praxisnahe Ausgestaltung wird auch erreicht, indem eine der Platten zumindest abschnittsweise kegelförmig ausgeführt ist, um hierdurch die Aussagekraft der reologischen Meßergebnisse weiter zu verbessern. Hierzu kann die Platte beispielsweise austauschbar sein oder eine Aufnahme für ein Zusatzelement aufweisen.

Durch eine weitere besonders praxisnahe Ausgestaltung, bei der die Platten einen einstellbaren Abstand voneinander aufweisen, wird erreicht, daß sowohl das Transmissions-Meßverfahren, als auch das abgeschwächte Totalreflexions-Spektroskopie-Meßverfahren, durchgeführt werden können. Hierdurch kann das für die jeweilige Substanz optimale Verfahren individuell ausgewählt werden.

5

٠25

30

Hierbei ist bei einer einfachen Ausführungsform die zweite Platte antreibbar, während die erste Platte unbeweglich angeordnet ist, um so die für die reologische Untersuchung entscheidende Spannung einbringen zu können.

Die Vorrichtung eignet sich zur Durchführung verschiedener Infrarot-SpektroskopieVerfahren. Besonders erfolgversprechend erweist sich dabei jedoch eine Ausführungsform, bei der das zweite Meßverfahren als ein mittels der Vorrichtung durchführbares ATRMeßverfahren ausgestaltet ist. Hierdurch wird insbesondere der Aufwand zur Vorbereitung der Substanz wesentlich verringert, so daß das Meßverfahren mit lediglich geringem Aufwand durchführbar ist. Die Vorrichtung eignet sich dadurch zur Untersuchung geringster

Schichtdicken der Substanz, wobei die äußeren Abmessungen der Substanz ohne Einfluß auf die Messung sind.

Hierzu eignet sich eine weitere Ausgestaltung besonders gut, bei welcher der Körper mehrere Reflexionsflächen aufweist. Hierdurch werden mehrere Lichtdurchtrittsflächen des Infrarot-Lichtes in die Substanz erzeugt, wodurch das Meßergebnis und die Aussagekraft des ermittelten Spektrums weiter verbessert ist.

Als besonders praxisnah erweist sich dabei auch eine Ausgestaltung der Erfindung, bei der mittels der Vorrichtung wahlweise das ATR-Meßverfahren oder ein anderes Infrarot-Spektroskopie-Meßverfahren durchführbar ist, um so eine individuelle Abstimmung des im Einzelfall geeigneten Meßverfahrens zu ermöglichen. Hierbei kann derselbe Lichtdurchlaß genutzt werden, um so einen einfachen konstruktiven Aufbau der Vorrichtung zu ermöglichen.

Es ist weiterhin besonders erfolgversprechend, wenn die Vorrichtung eine Steuereinheit zur Erfassung und vergleichenden Bewertung der mittels des reologischen Meßverfahrens und des Spektroskopie-Meßverfahrens ermittelten Meßwerte aufweist. Auf diese Weise können

die mittels der unabhängigen Meßverfahren erfaßten Meßwerte in eine Beziehung zueinander gesetzt werden, um so beispielsweise unerwünschte äußere Einwirkungen herausfiltern zu können.

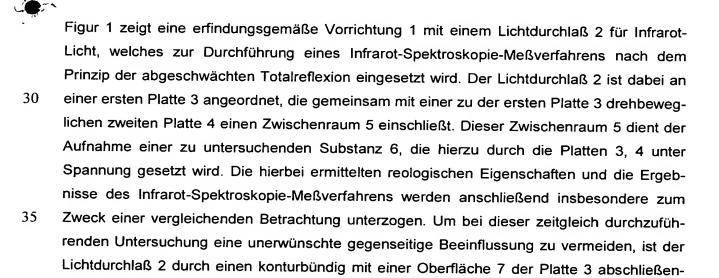
Durch die mittels der Meßverfahren gewonnenen Werte können unerwünschte äußere Einflüsse erfaßt und von der weiteren Einbeziehung in die Auswertung ausgeschlossen werden. Besonders vorteilhaft ist jedoch auch eine Ausgestaltung, bei der mittels der Steuereinheit auf Basis bekannter Substanzen ein Wert für die Viskosität ableitbar ist. Hierdurch werden durch das Infrarot-Spektroskopie-Verfahren nicht lediglich Plausibilitätskontrollen durchgeführt, sondern durch Interpolation oder Extrapolation bekannter Werte für die jeweilige Substanz auch reologische Kenngrößen bestimmt, so daß hierdurch eine unmittelbare Kontrolle der verschiedenen Meßwerte möglich ist.



20

Die Erfindung läßt verschiedene Ausführungsformen zu. Zur weiteren Verdeutlichung ihres Grundprinzips ist eine davon in der Zeichnung dargestellt und wird nachfolgend beschrieben. Diese zeigt jeweils in einer Prinzipdarstellung in

- Fig.1 eine erfindungsgemäße Vorrichtung mit einem Lichtdurchlaß zur Durchführung eines Infrarot-Spektroskopie-Meßverfahrens, nach dem Prinzip der abgeschwächten Totalreflexion;
- Fig.2 eine weitere Vorrichtung zur Durchführung eines Meßverfahrens mit einer Transmission;
- Fig.3 eine gegenüber Figur 2 abgewandelte Vorrichtung mit einem zusätzlichen Spiegel.



den transmissiven Körper 8, beispielsweise einem Diamanten, verschlossen, so daß die Vorrichtung 1 dauerhaft nahezu verschleißfrei einsetzbar ist. Je nach Größe des Körpers 8 können eine oder mehrere interne Reflexionen an den Grenzflächen zwischen dem Körper 8 und der Substanz 6 stattfinden.

5

Bei einer in Figur 2 gezeigten Vorrichtung 9 ist die erste Platte 3 mit einem Körper 10 verschlossen, durch den das Infrarot-Licht zur Durchführung des Transmissions-Spektroskopie Verfahrens mit einem steileren Winkel in den Zwischenraum 5 gelangt. Die gewünschte Reflexion des Infrarot-Lichtes erfolgt daher nach der Durchdringung der Substanz 6 an einer Reflexionsfläche 11 der zweiten Platte 4, an der das Infrarot-Licht in Richtung auf einen Lichtdurchlaß 12 reflektiert wird. Das dabei entstehende Transmissionsspektrum wird mittels eines nicht dargestellten Sensors erfaßt und zur Ergänzung und vergleichenden Betrachtung der reologischen Untersuchung einer Steuereinheit zugeführt. Der Lichtdurchlaß 12 kann dabei eine beliebige geometrische Form aufweisen.



20

10

Eine demgegenüber geringfügig abgewandelte Vorrichtung 13 zeigt Figur 3, bei der das Infrarot-Licht von der Reflexionsfläche 11 der Platte 4 nach dem Durchlaufen der Substanz 6 an einem zusätzlichen Spiegel 14 erneut in Richtung auf die Reflexionsfläche 11 reflektiert wird. Das Infrarot-Licht durchläuft daher die Substanz 6 viermal, bevor es durch den Licht-durchlaß 12 an der Platte 3 aus dem Zwischenraum 5 austritt. Dadurch ergibt sich ein weiteres Transmissionsspektrum, durch das die vorhandenen Meßwerte in optimaler Weise ergänzt werden.

Anmelder:

Dr. Manfred Feustel Königsforststraße 56 C

51109 Köln

u. Z.: FEU-21-DE

24. August 2001

#### Patentansprüche

- 1. Vorrichtung (1, 9, 13) mit zwei zueinander beabstandeten und relativ zueinander beweglichen Platten (3, 4), welche einen Zwischenraum (5) zur Aufnahme einer zu untersuchenden Substanz (6) begrenzen, deren reologische, insbesondere viskometrische Eigenschaften simultan zu einem mittels der Vorrichtung (1, 9, 13) durchführbaren weiteren Meßverfahren bestimmbar sind, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung (1, 9, 13) zur Durchführung eines optischen, insbesondere Infrarot-Spektroskopie-Meßverfahrens einen den Zwischenraum (5) nicht verändernden Lichtdurchlaß (2) aufweist.
- 2. Vorrichtung (1, 9, 13) nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Lichtdurchlaß (2) durch einen für Infrarot-Licht transmissiven, mit einer dem Zwischenraum (5) zugeneigten Oberfläche (7) der Platte (3) konturbündig abschließenden Abschnitt ausgestattet ist.
- 3. Vorrichtung (1, 9, 13) nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Lichtdurchlaß (2) einen transmissiven Körper (8, 10) mit einer großen Härte aufweist.
  - 4. Vorrichtung (1) nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Körper (8, 10) an einem dem Zwischenraum (5) abgewandten Abschnitt eine Lichteinkoppelfläche aufweist, die gegenüber der Plattenebene entsprechend dem gewünschten Lichteintrittswinkel geneigt angeordnet ist.
  - 5. Vorrichtung nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung zusätzlich zu dem ersten Lichtdurchlaß mit einem zweiten Lichtdurchlaß an derselben Platte ausgestattet ist.

20

5

6. Vorrichtung (9, 13) nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die zweite Platte (4) eine Reflexionsfläche (11) aufweist, an welcher der durch den Lichtdurchlaß (2) in den Zwischenraum (5) eingetretene Infrarot-Lichtstrahl reflektiert wird.

5

7. Vorrichtung (1, 9, 13) nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zumindest eine der Platten (3, 4) zur Einstellung einer gewünschten Temperatur heizbar oder kühlbar ist.

10

8. Vorrichtung nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß eine der Platten zumindest abschnittsweise kegelförmig ausgeführt ist.

9. Vorrichtung (1, 9, 13) nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Platten (3, 4) einen einstellbaren Abstand voneinander aufweisen.

10. Vorrichtung (1, 9, 13) nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die zweite Platte antreibbar ist.

20

11. Vorrichtung (1) nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das zweite Meßverfahren als ein mittels der Vorrichtung (1) durchführbares ATR-Meßverfahren ausgestaltet ist.

12. Vorrichtung (1, 9, 13) nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Körper (8, 10) mehrere Reflexionsflächen aufweist.

25

- 13. Vorrichtung (1, 9, 13) nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß mittels der Vorrichtung (1, 9, 13) wahlweise das ATR-Meßverfahren oder ein anderes Infrarot-Spektroskopie-Meßverfahren durchführbar ist.

30

- 14. Vorrichtung (1, 9, 13) nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung (1, 9, 13) eine Steuereinheit zur Erfassung und vergleichenden Bewertung der mittels des reologischen Meßverfahrens und des Spektroskopie-Meßverfahrens ermittelten Meßwerte aufweist.
- 35
- 15. Vorrichtung (1, 9, 13) nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß mittels der Steuereinheit auf Basis bekannter Substanzen ein Wert für die Viskosität ableitbar ist.

Anmelder:

Dr. Manfred Feustel Königsforststraße 56 C

51109 Köln

u. Z.: FEU-21-DE

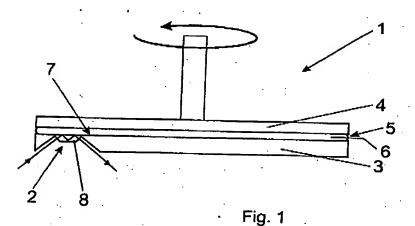
24. August 2001

## Vorrichtung zur Bestimmung reologischer Eigenschaften

### Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung (1) mit zwei zueinander drehbeweglichen Platten (3, 4), zwischen denen die reologischen Eigenschaften einer in einem Zwischenraum (5) eingebrachten Substanz (6) bestimmt werden. Zumindest eine der Platten (3) ist zur Durchführung eines Infrarot-Spektroskopie-Meßverfahrens mit einem durch einen Körper (8) verschlossenen Lichtdurchlaß (2) ausgestattet, durch den eine simultane Durchführung der Meßwertermittlung durchgeführt werden kann. Der zumindest im Infrarot-Spektrum transmissive Körper (2) schließt dabei in Richtung des Zwischenraumes (5) mit der Platte (3) konturbündig ab, so daß unerwünschte Rückwirkungen auf die Bestimmung der reologischen Eigenschaften zuverlässig ausgeschlossen werden können.

(Fig. 1)





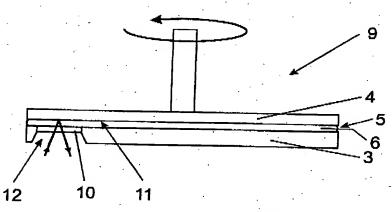


Fig. 2

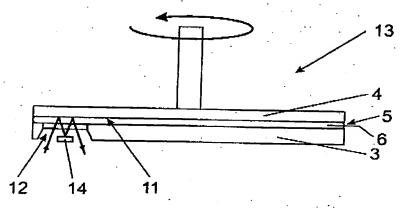
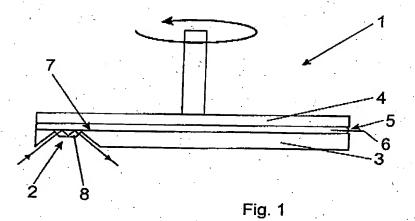


Fig. 3

Betreff: 14 Seite(n) empfangen



GESAMT SEITEN 14